## PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM Internationales Büro

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 6:

D04H 13/00, 1/54

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer:

WO 96/19607

Al

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum:

27. Juni 1996 (27.06.96)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP95/05083

(22) Internationales Anmeldedatum:

21. December 1995 (21.12.95) (81) Bestimmungsstaaten: AU, BR, CA, CN, FI, JP, KR, MX, NO, PL, RU, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

(30) Prioritätsdaten:

P 44 45 771.5

21. December 1994 (21.12.94) DE

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist. Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):
HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE];
Brüningstrasse 50, D-65929 Frankfurt am Main (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): FRANK, Dierk [DE/DE]; Homburger Strasse 11a, D-65719 Hofheim (DE). THÖNNESSEN, Franz [DE/DE]; Asternweg 2a, D-86399 Bobingen (DE). ZIMMERMANN, Andreas [DE/DE]; Im Dürren Kopf 27a, D-64347 Griesheim (DE).

(54) Title: NONWOVEN FABRIC-AEROGEL COMPOSITE MATERIAL CONTAINING TWO-COMPONENT FIBRES, A METHOD OF PRODUCING SAID MATERIAL AND THE USE THEREOF

(54) Bezeichnung: FASERVLIES- AEROGEL- VERBUNDMATERIAL ENTHALTEND BIKOMPONENTENFASERN, VERFAHREN ZU SEINER HERSTELLUNG, SOWIE SEINE VERWENDUNG

#### (57) Abstract

The invention concerns a composite material comprising at least one layer of nonwoven fabric and aerogel particles and characterised by the fact that the nonwoven fabric contains at least one two-component fibre material which has regions of low melting point and regions of high melting point, the fibres of the fabric being connected both to the aerogel particles and to one another via the low-melting point regions of the fibre material. The invention also concerns a process for producing the material and the use of it.

#### (57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verbundmaterial, das mindestens eine Lage Faservlies und Aerogel-Partikel aufweist, das dadurch gekennzeichnet ist, daß das Faservlies mindestens ein Bikomponenten-Fasermaterial enthält, wobei das Bikomponenten-Fasermaterial niederund höherschmelzende Bereiche aufweist und die Fasern des Vlieses sowohl mit den Aerogel-Partikeln als auch untereinander durch die niederschmelzenden Bereiche des Fasermaterials verbunden sind, ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie seine Verwendung.

# LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Osterreich	GA	Gabon	MR	Mauretanien
AU	Australien	GB	Vereinigtes Königreich	MW	Malawi
BB	Barbados	GE	Georgien	NE	Niger
BE	Belgien	GN	Guinea	NL	Niederlande
BF	Burkine Faso	GR	Griechenland	NO	Norwegen
BG	Bulgarien	HU	Ungam	NZ	Neusceland
BJ	Benin	1E	Irland	PL.	Polen
BR	Brazilien	IT	Italien	PT	Portugal
BY	Belarus	JP	Japan	RO	Rumanien
CA	Kanada	KE	Kenya	RU	Russische Föderation
CF	Zentrule Afrikanische Republik	KG	Kirgisistan	SD	Sudan
CG	Kongo	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CH	Schweiz	KR	Republik Korea	SI	Slowenien
CI	Côte d'Ivoire	KZ	Kasachstan	SK	Słowakei
CM	Kamerun	u	Liechtenstein	SN	Senegal
CN	China	LK	Sri Lanka	TD	Tschad
CS	Techechoslowakei	LU	Luxemburg	TG	Togo
CZ	Tschechische Republik	LV	Lettland	TJ	Tadschikistan
DE	Deutschland	MC	Monaco	TT	Trinidad und Tobago
DK	Dinemark	MD	Republik Moldau	UA	Ukraine
ES	Spanien	MG	Madagaskar	US	Vereinigte Staaten von Amerika
Fl	Finnland	ML	Mali	UZ	Usbekistan
FR	Frankreich	MN	Mongolei	VN	Vietnam

1

### Beschreibung

Faservlies- Aerogel- Verbundmaterial enthaltend Bikomponentenfasern, Verfahren zu seiner Herstellung, sowie seine Verwendung

Die Erfindung betrifft ein Verbundmaterial, das mindestens eine Lage Faservlies und Aerogel-Partikel aufweist, ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie seine Verwendung.

Aerogele, insbesondere solche mit Porositäten über 60 % und Dichten unter 0,4 g/cm<sup>3</sup>, weisen aufgrund ihrer sehr geringen Dichte, hohen Porosität und geringen Porendurchmesser eine äußerst geringe thermische Leitfähigkeit auf und finden deshalb Anwendung als Wärmeisolationsmaterialien, wie z.B. in der EP-A-O 171 722 beschrieben.

Die hohe Porosität führt aber auch zu einer geringen mechanischen Stabilität sowohl des Gels, aus dem das Aerogel getrocknet wird, als auch des getrockneten Aerogels selbst.

Aerogele im weiteren Sinn, d.h. im Sinne von "Gel mit Luft als Dispersionsmittel", werden durch Trocknung eines geeigneten Gels hergestellt. Unter den Begriff "Aerogel" in diesem Sinne, fallen Aerogele im engeren Sinne, Xerogele und Kryogele. Dabei wird ein getrocknetes Gel als Aerogel im engeren Sinn bezeichnet, wenn die Flüssigkeit des Gels bei Temperaturen oberhalb der kritischen Temperatur und ausgehend von Drücken oberhalb des kritischen Druckes entfernt wird. Wird die Flüssigkeit des Gels dagegen unterkritisch, beispielsweise unter Bildung einer Flüssig-Dampf-Grenzphase entfernt, dann bezeichnet man das entstandene Gel als Xerogel. Es ist anzumerken, daß es sich bei den erfindungsgemäßen Gelen um

Aerogele, im Sinne von Gel mit Luft als Dispersionsmittel handelt.

Der Formgebungsprozeß des Aerogels wird während des Sol-Gel-Übergangs abgeschlossen. Nach Ausbildung der festen Gelstruktur kann die äußere Form nur noch durch Zerkleinerung, beispielsweise Mahlen, verändert werden, für eine andere Form der Bearbeitung ist das Material zu brüchig.

Für viele Anwendungen ist es jedoch notwendig, die Aerogele in Gestalt bestimmter Formkörper einzusetzen. Im Prinzip ist die Herstellung von Formkörpern schon während der Gelherstellung möglich. Jedoch würde der während der Herstellung typischerweise notwendige, diffusionsbestimmte Austausch von Lösemitteln (bzgl. Aerogele: s. z.B. US-A 4,610,863, EP-A 0 396 076, bzgl. Aerogelverbundmaterialien: s. z. B. WO 93/06044) und die ebenfalls diffusionsbestimmte Trocknung zu unwirtschaftlich langen Produktionszeiten führen. Daher ist es sinnvoll, im Anschluß an die Aerogel-Herstellung, also nach der Trocknung, einen Formgebungsschritt durchzuführen, ohne daß eine wesentliche Änderung der inneren Struktur des Aerogels im Hinblick auf die Anwendung stattfindet.

Für viele Anwendungen, z.B. zur Isolierung von gewölbten oder unregelmäßig geformten Flächen, sind flexible Platten bzw. Matten aus einem Dämmstoff notwendig.

In der DE-A 33 46 180 werden biegefeste Platten aus Preßkörpern auf der Basis von aus der Flammpyrolyse gewonnenem Kieselsäureaerogel in Verbindung mit einer Verstärkung durch mineralische Langfasern beschrieben. Bei diesem aus der Flammpyrolyse gewonnenem Kieselsäureaerogel handelt es sich jedoch nicht um ein Aerogel im obigen Sinne, da es nicht durch Trocknung eines Gels hergestellt wird und damit eine gänzlich andere Porenstruktur aufweist; daher ist es mechanisch stabiler und kann daher ohne Zerstörung der Mikrostruktur gepreßt

werden, weist aber eine höhere Wärmeleitfähigkeit als typische Aerogele im obigen Sinne auf. Die Oberfläche solcher Preßkörper ist sehr empfindlich und muß daher etwa durch Einsatz eines Binders an der Oberfläche gehärtet oder durch Kaschierung mit einer Folie geschützt werden. Weiter ist der entstehende Preßkörper nicht kompressibel.

Weiter wird in der deutschen Patentanmeldung P 44 18 843.9 eine Matte aus einem faserverstärkten Xerogel beschrieben. Diese Matten weisen zwar durch den sehr hohen Aerogelanteil eine sehr geringe Wärmeleitfähigkeit auf, doch sind für ihre Herstellung auf Grund der oben beschriebenen Diffusionsprobleme relativ lange Herstellungszeiten notwendig. Insbesondere ist die Herstellung dickerer Matten nur durch Kombination mehrerer dünner Matten sinnvoll möglich und erfordert damit zusätzlichen Aufwand.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, ein Verbundmaterial auf der Basis von Aerogel-Granulat bereitzustellen, das eine niedrige Wärmeleitfähigkeit aufweist, das mechanisch stabil ist und die einfache Herstellung von Matten oder Platten erlaubt.

Die Aufgabe wird gelöst durch ein Verbundmaterial, das mindestens eine Lage Faservlies und Aerogel-Partikel aufweist, das dadurch gekennzeichnet ist, daß das Faservlies mindestens ein Bikomponenten-Fasermaterial enthält, wobei das Bikomponenten-Fasermaterial nieder- und höherschmelzende Bereiche aufweist und die Fasern des Vlieses sowohl mit den Aerogel-Partikeln als auch untereinander durch die niederschmelzenden Bereiche des Fasermaterials verbunden sind. Die thermische Verfestigung der Bikomponentenfasern führt zu einer Verbindung der niedrigschmelzenden Teile der Bikomponentenfasern und sorgt damit für ein stabiles Vlies. Gleichzeitig bindet der niederschmelzende Teil der Bikomponentenfaser die Aerogel-Partikel an die Faser.

Die Bikomponentenfasern sind Chemiefasern aus zwei fest verbundenen Polymeren von unterschiedlichem chemischen und/oder physikalischem Aufbau, die Bereiche mit unterschiedlichen Schmelzpunkten, d.h. nieder- und höherschmelzende Bereiche, aufweisen. Die Schmelzpunkte der nieder- bzw. höherschmelzenden Bereiche unterscheiden sich dabei vorzugsweise um mindestens 10°C. Vorzugsweise weisen die Bikomponentenfasern Kern- Mantel- Struktur auf. Der Kern der Faser besteht dabei aus einem Polymer, vorzugsweise einem thermoplastischen Polymer, dessen Schmelzpunkt höher liegt als der des thermoplastischen Polymers, das den Mantel bildet. Vorzugsweise werden Polyester/Copolyester Bikomponentenfasern eingesetzt. Weiterhin können auch Bikomponentenfaservariationen aus Polyester/Polyolefin, z.B. Polyester/Polyethylen bzw. Polyester/Copolyolefin oder Bikomponentenfasern, die ein elastisches Mantelpolymer aufweisen, verwendet werden. Es können aber auch Side-by- Side Bikomponentenfasern verwendet werden.

Zusätzlich kann das Faservlies noch mindestens ein einfaches Fasermaterial enthalten, das bei der thermischen Verfestigung mit den niederschmelzenden Bereichen der Bikomponentenfasern verbunden wird.

Bei den einfachen Fasern handelt es sich um organische Polymerfasern, z.B. Polyester-, Polyolefin- und/oder Polyamidfasern, vorzugsweise Polyesterfasern. Die Fasern können runde, trilobale, pentalobale, oktalobale, bändchen-, tannenbaum-, hantel- oder andere sternförmige Profile aufweisen. Ebenso können Hohlfasern verwendet werden. Der Schmelzpunkt dieser einfachen Fasern sollte über dem der niederschmelzenden Bereiche der Bikomponentenfasern liegen.

Zur Reduktion des Strahlungsbeitrages zur Wärmeleitfähigkeit können die Bikomponentenfasern, d.h. die hoch- und/oder die niedrigschmelzende Komponente, und ggf. die einfachen Fasern mit einem IR- Trübungsmittel wie z.B. Ruß, Titandioxid, Eisenoxiden oder Zirkondioxid oder Mischungen derselben

geschwärzt sein.

Zur Farbgebung können die Bikomponentenfasern sowie ggf. die einfachen Fasern auch gefärbt sein.

Der Durchmesser der im Verbundstoff verwendeten Fasern sollte vorzugsweise kleiner als der mittlere Durchmesser der Aerogel-Partikel sein, um einen hohen Anteil Aerogel im Faservlies binden zu können. Durch Wahl von sehr dünnen Faserdurchmessern lassen sich Matten herstellen, die sehr flexibel sind, während dickere Fasern durch ihre größere Biegesteifigkeit zu voluminöseren und starreren Matten führen.

Der Titer der einfachen Fasern sollte vorzugsweise zwischen 0,8 und 40 dtex liegen, der der Bikomponentenfasern vorzugsweise zwischen 2 und 20 dtex.

Es können auch Mischungen von Bikomponentenfasern bzw. einfachen Fasern aus verschiedenen Materialien, mit verschiedenen Profilen und/oder verschiedenen Titern verwendet werden.

Um einerseits eine gute Verfestigung des Vlieses zu erreichen, andererseits eine gute Haftung des Aerogelgranulates sollte der Gewichtsanteil an Bikomponentenfaser zwischen 10 und 100 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 40 und 100 Gew.-%, bezogen auf den Gesamtfaseranteil, liegen.

Der Volumenanteil des Aerogels im Verbundmaterial sollte möglichst hoch, mindestens 40 %, bevorzugt über 60 % sein. Um noch mechanische Stabilität des Verbundstoffes zu erreichen sollte der Anteil jedoch nicht über 95%, vorzugsweise nicht über 90 % liegen.

Geeignete Aerogele für die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen sind solche auf der Basis von Metalloxiden, die für die Sol-Gel-Technik geeignet sind (C.J. Brinker, G.W. Scherer, Sol-Gel-Science, 1990, Kap. 2 und 3), wie beispielsweise Si- oder Al-Verbindungen oder solche auf der Basis organischer Stoffe, die für die Sol-Gel-Technik geeignet sind, wie Melaminformaldehydkondensate (US-A-5 086 085) oder Resorcinformaldehydkondensate (US-A-4 873 218). Sie können auch auf Mischungen der obengenannten Materialien basieren. Bevorzugt verwendet werden Aerogele, enthaltend Si-Verbindungen, insbesondere SiO<sub>2</sub>-Aerogele und ganz besonders bevorzugt SiO<sub>2</sub>-Xerogele. Zur Reduktion des Strahlungsbeitrags der Wärmeleitfähigkeit kann das Aerogel IR-Trübungsmittel, wie z.B. Ruß, Titandioxid, Eisenoxide, Zirkondioxid oder Mischungen derselben enthalten.

Darüber hinaus gilt, daß die thermische Leitfähigkeit der Aerogele mit zunehmender Porosität und abnehmender Dichte abnimmt. Aus diesem Grund sind Aerogele mit Porositäten über 60 % und Dichten unter 0,4 g/cm³ bevorzugt. Die Wärmeleitfähigkeit des Aerogelgranulats sollte weniger als 40 mW/mK, vorzugsweise weniger als 25 mW/mK, betragen.

In einer bevorzugten Ausführungsform weisen die Aerogel-Partikel hydrophobe Oberflächengruppen auf. Um einen späteren Kollaps der Aerogele durch Kondensation von Feuchtigkeit in den Poren zu vermeiden, ist es nämlich vorteilhaft, wenn auf der inneren Oberfläche der Aerogele hydrophobe Gruppen kovalent vorhanden sind, die unter Wassereinwirkung nicht abgespalten werden. Bevorzugte Gruppen zur dauerhaften Hydrophobisierung sind trisubstituierte Silylgruppen der allgemeinen Formel -Si(R)3, besonders bevorzugt Trialkyl- und/oder Triarylsilylgruppen, wobei jedes R unabhängig ein nicht reaktiver, organischer Rest wie C1-C18 -Alkyl oder C6-C14-Aryl, vorzugsweise C1-C6-Alkyl oder Phenyl, insbesondere Methyl, Ethyl, Cyclohexyl oder Phenyl ist, der zusätzlich noch mit funktionellen Gruppen substituiert sein kann. Besonders vorteilhaft zur dauerhaften Hydrophobisierung des Aerogels ist die Verwendung von Trimethylsilylgruppen. Die

Einbringung dieser Gruppen kann, wie in der WO 94/25149 beschrieben, erfolgen oder durch Gasphasenreaktion zwischen dem Aerogel und beispielsweise einem aktivierten Trialkylsilanderivat, wie z.B. einem Chlortrialkylsilan oder einem Hexaalkyldisilazan (vergleiche R. Iler, The Chemistry of Silica, Wiley & Sons, 1979), geschehen.

Die Größe der Körner richtet sich nach der Anwendung des Materials. Um jedoch einen hohen Anteil von Aerogelgranulat binden zu können, sollten die Partikel größer als die Faserdurchmesser, vorzugsweise größer als 30 µm sein. Um eine hohe Stabilität zu erreichen sollte das Granulat nicht zu grobkörnig sein, vorzugsweise sollten die Körner kleiner als 2 cm sein.

Zur Einreichung hoher Aerogel-Volumenanteile kann vorzugsweise Granulat mit einer bimodalen Korngrößenverteilung verwendet werden. Weiter können auch andere geeignete Verteilungen Verwendung finden.

Die Brandklasse des Verbundmaterials wird durch die Brandklasse des Aerogels und der Fasern bestimmt. Um eine möglichst günstige Brandklasse des Verbundmaterials zu erhalten, sollten schwerentflammbare Fasertypen, wie z.B. TREVIRA CS®, verwendet werden.

Besteht das Verbundmaterial nur aus dem Faservlies, das die Aerogel-Partikel enthält, kann bei mechanischer Beanspruchung des Verbundmaterials Aerogelgranulat brechen oder sich von der Faser lösen, so daß Bruchstücke aus dem Vlies herausfallen können.

Für bestimmte Anwendungen ist es daher vorteilhaft, wenn das Faservlies auf einer oder beiden Seiten mit jeweils mindestens einer Deckschicht versehen ist, wobei die Deckschichten gleich oder verschieden sein können. Die Deckschichten können entweder bei der thermischen Verfestigung über die niedrigschmelzende

Komponente der Bikomponentenfaser oder mittels eines anderen Klebers verklebt werden. Die Deckschicht kann z.B. eine Kunststoffolie, vorzugsweise eine Metallfolie oder eine metallisierte Kunststoffolie sein. Ferner kann die jeweilige Deckschicht selbst aus mehreren Schichten bestehen.

Bevorzugt ist ein Faservlies-Aerogel-Verbundmaterial in Form von Matten oder Platten, das ein aerogelhaltiges Faservlies als Mittelschicht und auf beiden Seiten jeweils eine Deckschicht aufweist, wobei mindestens eine der Deckschichten Vlieslagen aus einer Mischung feiner, einfacher Fasern und feiner Bikomponentenfasern enthält, und die einzelnen Faserschichten in sich und untereinander thermisch verfestigt sind.

Zur Auswahl der Bikomponentenfasern und der einfachen Fasern der Deckschicht gilt das gleiche wie für die Fasern des Faservlies, in das die Aerogel-Partikel eingebunden sind.

Um eine möglichst dichte Deckschicht zu erhalten, sollten jedoch die einfachen Fasern wie auch die Bikomponentenfasern Durchmesser kleiner als 30  $\mu$ m, vorzugsweise kleiner als 15  $\mu$ m, besitzen.

Um eine größere Stabilität oder Dichte der Oberflächenlagen zu erzielen, können die Vlieslagen der Deckschichten vernadelt sein.

Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung des erfindungsgemäßen Verbundmaterials bereitzustellen.

Das erfindungsgemäße Verbundmaterial kann z.B. nach folgendem Verfahren hergestellt werden:

Zur Herstellung des Faservlieses werden Stapelfasern in Form handelsüblicher Karden oder Krempeln eingesetzt. Während das Vlies nach den dem Fachmann geläufigen Verfahren gelegt wird, wird das Aerogelgranulat eingestreut. Beim Einbringen des Aerogelgranulates in den Faserverbund ist auf eine möglichst gleichmäßige Verteilung der Granulatkörner zu achten. Dies wird durch handelsübliche Streuvorrichtungen erreicht.

Bei Einsatz von Deckschichten kann auf einer Deckschicht das Faservlies unter Einstreuen des Aerogels gelegt werden, nach Beendigung dieses Vorgangs wird die obere Deckschicht aufgebracht.

Werden Deckschichten aus feinerem Fasermaterial verwendet, wird zunächst die untere Vliesschicht aus feinen Fasern und/oder Bikomponentenfasern nach bekannten Verfahren gelegt und ggf. vernadelt. Darauf wird, wie oben geschildert, der aerogelhaltige Faserverbund aufgebracht. Für eine weitere, obere Deckschicht kann, wie für die untere Vliesschicht, aus feinen Fasern und/oder Bikomponentenfasern eine Schicht gelegt und ggf. vernadelt werden.

Der resultierende Faserverbund wird ggf. unter Druck bei Temperaturen zwischen der Schmelztemperatur des Mantelmaterials und der kleineren der Schmelztemperaturen von einfachem Fasermaterial und hochschmelzender Komponente der Bikomponentenfaser thermisch verfestigt. Der Druck liegt zwischen Normaldruck und der Druckfestigkeit des verwendeten Aerogels.

Die ganzen Verarbeitungsvorgänge können bevorzugt kontinuierlich auf dem Fachmann bekannten Anlagen hergestellt werden.

Die erfindungsgemäßen Platten und Matten eignen sich auf Grund ihrer geringen Wärmeleitfähigkeit als Wärmeisolationsmaterial.

Daneben können die erfindungsgemäßen Platten und Matten als Schallabsorptionsmaterialien direkt oder in Form von Resonanzabsorbern verwendet werden, da sie eine geringe Schallgeschwindigkeit und, verglichen mit monolithischen Aerogelen, eine höhere Schalldämpfung aufweisen. Zusätzlich zu der Dämpfung des Aerogelmaterials tritt nämlich je nach Permeabilität des Faservlieses eine zusätzliche Dämpfung durch Luftreibung zwischen den Poren im Vliesmaterial auf. Die Permeabilität des Faservlieses kann durch Veränderung des Faserdurchmessers, der Vliesdichte und der Korngröße der Aerogel-Partikel beeinflußt werden. Enthält das Vlies noch Deckschichten, so sollten diese Deckschichten ein Eindringen des Schalls in das Vlies erlauben und nicht zu einer weitgehenden Reflexion des Schalls führen.

Die erfindungsgemäßen Platten und Matten eignen sich weiterhin auf Grund der Porosität des Vlieses und besonders der großen Porosität und spezifischen Oberfläche des Aerogels auch als Adsorptionsmaterialien für Flüssigkeiten, Dämpfe und Gase. Dabei kann durch Modifikation der Aerogel-Oberfläche eine spezifische Adsorption erzielt werden.

Die Erfindung wird im folgenden anhand von Ausführungsbeispielen näher beschrieben.

### Beispiel 1:

Aus 50 Gew.-% TREVIRA 290, 0,8 dtex/38 mm hm und 50 Gew.-% PES/Co-PES Bikomponentenfasern vom Typ TREVIRA 254, 2,2 dtex/50 mm hm wurde ein Faservlies mit einem Flächengewicht von 100 g/m² gelegt. Während des Legens wurde ein hydrophobes Aerogelgranulat auf der Basis von TEOS mit einer Dichte von 150 kg/m³ und einer Wärmeleitfähigkeit von 23 mW/mK mit Korngrößen von 1 bis 2 mm Durchmesser eingestreut.

Das so entstandene Vliesverbundmaterial wurde bei einer Temperatur von 160°C für 5 Minuten thermisch verfestigt und auf eine Dicke von 1,4 cm komprimiert.

Der Volumenanteil an Aerogel in der verfestigten Matte betrug 51 %. Die resultierende Matte wies ein Flächengewicht von 1,2 kg/m² auf. Sie ließ sich leicht biegen und auch zusammendrücken. Die Wärmeleitfähigkeit wurde mit einer Plattenmethode nach DIN 52 612 Teil 1 zu 28 mW/mK bestimmt.

#### Beispiel 2:

Aus 50 Gew.-% TREVIRA 120 Stapelfasern mit einem Titer von 1,7 dtex, Länge 38mm, spinnschwarz und 50 Gew.-% PES/Co-PES Bikomponentenfasern vom Typ TREVIRA 254, 2,2 dtex/50 mm hm wurde zunächst ein Vlies gelegt, das als untere Deckschicht diente. Diese Deckschicht hatte ein Flächengewicht von 100g/m². Darauf wurde als Mittelschicht ein Faservlies aus 50 Gew.-% TREVIRA 292, 40 dtex/60 mm hm und 50-Gew.% PES/Co-PES Bikomponentenfasern vom Typ TREVIRA 254, 4,4 dtex/50 mm hm mit einem Flächengewicht von 100 g/m² gelegt. Während des Legens wurde ein hydrophobes Aerogelgranulat auf der Basis von TEOS mit einer Dichte von 150 kg/m³ und einer Wärmeleitfähigkeit von 23 mW/mK mit Korngrößen von 2 bis 4 mm Durchmesser eingestreut.

Auf dieses aerogelhaltige Faservlies wurde eine Deckschicht gelegt, die wie die untere Deckschicht aufgebaut wurde.

Das so entstandene Verbundmaterial wurde bei einer Temperatur von 160°C für 5 Minuten thermisch verfestigt und auf eine Dicke von 1,5 cm komprimiert. Der Volumenanteil an Aerogel in der verfestigten Matte betrug 51 %.

Die resultierende Matte wies ein Flächengewicht von 1,4 kg/m² auf. Die Wärmeleitfähigkeit wurde mit einer Plattenmethode nach DIN 52612 Teil 1 zu 27 mW/mK bestimmt.

Die Matte ließ sich leicht biegen und zusammendrücken. Aus der Matte rieselte auch nach Verbiegen kein Aerogelgranulat heraus.

WO 96/19607 PCT/EP95/05083

#### Patentansprüche:

- 1. Verbundmaterial, das mindestens eine Lage Faservlies und Aerogel-Partikel aufweist, dadurch gekennzeichnet, daß das Faservlies mindestens ein Bikomponenten-Fasermaterial enthält, wobei das Bikomponenten-Fasermaterial nieder- und höherschmelzende Bereiche aufweist und die Fasern des Vlieses sowohl mit den Aerogel-Partikeln als auch untereinander durch die niederschmelzenden Bereiche des Fasermaterials verbunden sind.
- Verbundmaterial gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Bikomponenten-Fasermaterial eine Kern-/Mantelstruktur aufweist.
- 3. Verbundmaterial gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Faservlies zusätzlich mindestens ein einfaches Fasermaterial enthält.
- 4. Verbundmaterial gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Titer des Bikomponenten-Fasermaterials im Bereich von 2 bis 20 dtex und der Titer der einfachen Fasern im Bereich von 0,8 bis 40 dtex liegt.
- Verbundmaterial gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der Aerogel-Partikel im Verbundmaterial mindestens 40 Vol.-% beträgt.
- Verbundmaterial gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Aerogel ein SiO<sub>2</sub>-Aerogel ist.
- 7. Verbundmaterial gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Bikomponenten-Fasermaterial, das einfache Fasermaterial und/oder die Aerogel-Partikel mindestens ein IR-Trübungsmittel enthalten.

- 8. Verbundmaterial gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Aerogel-Partikel Porositäten über 60 %, Dichten unter 0,4 g/cm³ und Wärmeleitfähigkeit von weniger als 40 mW/mK, vorzugsweise weniger als 25 mW/mK, aufweisen.
- 9. Verbundmaterial gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Aerogel-Partikel hydrophobe Oberflächengruppen aufweisen.
- 10. Verbundmaterial gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Faservlies auf einer oder beiden Seiten mit jeweils mindestens einer Deckschicht versehen ist, wobei die Deckschichten gleich oder verschieden sein können.
- 11. Verbundmaterial gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Deckschichten Kunststoffolien, Metallfolien, metallisierte Kunststoffolien oder vorzugsweise Vlieslagen aus feinen einfachen Fasern und/oder feinen Bikomponenten-Fasern, enthalten.
- 12. Verbundmaterial gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 11 in Form einer Platte oder Matte.
- 13. Verfahren zur Herstellung eines Verbundmaterials gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man in ein Faservlies, das mindestens ein Bikomponenten-Fasermaterial mit nieder- und höherschmelzenden Bereichen enthält, die Aerogel-Partikel einstreut und den resultierenden Faserverbund gegebenenfalls unter Druck bei Temperaturen oberhalb der niedrigeren Schmelztemperatur und unterhalb der höheren Schmelztemperatur thermisch verfestigt.
- 14. Verwendung eines Verbundmaterials gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 12 zur Wärmedämmung, zur Schalldämpfung und/oder als Adsorptionsmaterial für Gase, Dämpfe und Flüssigkeiten.

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Interna des Attenzenchen
PCT/EP 95/05083

		1.41/21	,				
A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 6 D04H13/00 D04H1/54							
Nach der I	nternationalen Patentidassifikation (IPK) oder nach der nationalen b	Classifikation und der IPK					
B. RECH	ERCHIERTE GEBIETE						
Recharchie IPK 6	rter Mindestprufstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssym DO4H	bole)					
Recherchie	rte aber nicht zum Mindestprufstoff gehorende Veroffentlichungen, i	ioweit diese unter die recherchierten (	Gebiete fallen				
Wahrend &	er internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (i	Name der Datenbank und evtl. verw	endete Suchbegnffe)				
C. ALS W	ESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN						
Kategone*	Bezeichnung der Veroffentlichung, soweit erforderlich unter Anga	be der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.				
X	US,A,5 256 476 (TANAKA EIJI ET / 26.Oktober 1993 siehe Spalte 3, Zeile 10 - Spalte 46	1,5,6, 12-14					
A	US,A,5 221 573 (BAIGAS JR JOSEPH 22.Juni 1993 siehe Spalte 2, Zeile 18 - Spalte 22	1,6,10, 11,14					
<b>A</b>	DE,A,33 46 180 (GRUENZWEIG HARTM/ GLASFASER) 29.August 1985 in der Anmeldung erwähnt siehe Ansprüche 1-10	1,7,14					
A	EP,A,O 269 462 (UNITIKA LTD) 1.Ju siehe Spalte 2, Zeile 51 - Spalte 6	uni 1988 e 5, Zeile	1.14				
	ere Veroffendichungen and der Fortsetzung von Feld C zu	X Siehe Anhang Patentiamilie					
*Besondere Kasegorien von angegebenen Veroffentlichungen  A Veroffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist oder dem Prionitatidatum veroffentlicht worden ist und mit der Anmeiden anzusehen ist und mit der Anmeiden anzusehen ist und mit der Anmeiden anzusehen ist und mit der Anmeiden genen kollidiert, sondern mit zum Verstandnis des der dem Prionitatidatum veroffentlicht worden ist und mit der Anmeiden genen kollidiert, sondern mit zum Verstandnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist Veroffentlichung, die geignet ist, einen Prionitatianspruch zweifelhaft erschienen zu lässen, oder durch die das Veroffentlichung einer Veroffentlichung win besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung siellen aufgrund dieser Veroffentlichung mit unter der oder auf erfinderischer Tabigkeit berühend betrachtet werden veroffentlichung, die sieh auf eine mundliche Offenbarung, eine Benutzing, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht veroffentlichung, die ver dem internationalen Anmeiden anweiten und dieser Veroffentlichung mit unter zum Verstandung zugrundeliegenden Prinzips oder dem Prionitatidatum von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung von besonderer Bedeutung die beanspruchte Erfindung stann nicht als auf erfinderischer Tabigkeit berühend betrachtet verden veroffentlichung mit unter ober der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist.  Veroffentlichung, von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung von besonderer Bedeutung der finderischer Tabigkeit berühend betrachtet verden veroffentlichung mit unter der der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist.  Veroffentlichung von besonderer Bedeutung der beanspruchte Erfindung von besonderer Bedeutung mit unter der finderischer Tabigkeit berühend betrachtet verden veroffentlichung mit unter der der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist unternationalien aufgrundeliegenden Prinzips oder dem Prinzips oder dem Prinzips oder d							
	).Mai 1996	- 7, 06.	90				
Name und P	ostanechnist der Internationale Recherchenbehorde  Europausches Patentamt, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL - 2250 HV Rijsteijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.	V Beurden-Hopi	cins, S				

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/EP 95/05083

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US-A-5256476		JP-A-	4100540	02-04-92
		JP-B-	7041166	10-05-95
		JP-A-	415 <del>09</del> 15	25-05-92
		JP-A-	31 <b>510</b> 12	27-06-91
		JP-B-	8013324	14-02-96
		DE <b>-</b> D-	69 <del>00</del> 6466	17-03-94
		DE-T-	69 <b>00646</b> 6	01-06-94
		EP-A-	0432438	19-06-91
US-A-5221573	22-06-93	WO-A-	9425659	10-11-94
03-N-3222370		US-A-	5271780	21-12-93
DE-A-3346180	29-08-85	NONE		
EP-A-0269462	01-06-88	JP-A-	63135359	07-06-88
CI A OLOSTOL		JP-C-	1745306	25-03-93
		JP-B-	4032684	01-06-92
		JP-A-	63137721	09-06-88
		AU-B-	8138787	02 <i>-</i> 06 <b>-88</b>
0 × 0		CA-A-	1277577	11-12 <b>-90</b>
		US-A-	4808202	28-02-89